第30卷 第7期 材 料 研 究 学 报 Vol. 30 No. 7
2016年7月 CHINESE JOURNAL OF MATERIALS RESEARCH July 2016

Mg-3Zn-2Gd合金轧制态和退火态的组织与力学性能*

戚文军[1] 冯晓伟[2] 刘汪涵博[1,3] 黎小辉[1]

1. 广东省材料与加工研究所 广州 510650
2. 美的电冰箱事业部 合肥 230000
3. 中南大学材料科学与工程学院 长沙 410083

摘 要 利用光学显微镜和扫描电子显微镜分析了热轧态及退火态Mg-3Zn-2Gd合金的组织, 并测试了其室温拉伸力学性能。结果表明: 合金板材经应变为23%~67%的轧制后组织得到细化, 平均晶粒尺寸由10 μm减至轧制应变为67%时的4 μm。初始组织中的大量孪晶和剪切带逐渐减少; 随着轧制应变增至67%, 剪切带消失, 组织由动态再结晶晶粒和少量孪晶组成。拉伸力学性能显著提高, 抗拉强度σ_b和屈服强度$\sigma_{0.2}$分别由未轧制时的255 MPa和215 MPa提高至轧制应变为67%时的305 MPa和300 MPa, 而伸长率δ先提高后降低。再经573 K退火处理1 h后, 合金组织发生静态再结晶, 变形不均匀区域消失, 由细小均匀等轴晶组成; σ_b和$\sigma_{0.2}$分别降至265 MPa和235 MPa, δ提高至19.0%; 拉伸断口呈现大量韧窝, 表现为韧性断裂。

关键词 金属材料, 镁合金板, 轧制组织, 退火组织, 力学性能, 轧制应变

分类号 TG146.22 文章编号 1005-3093(2016)07-0531-07

Microstructure and Mechanical Properties of Rolled- and Annealed-Mg-3Zn-2Gd Alloy

QI Wenjun[1**] FENG Xiaowei[2] LIU Wanghanbo[1,3] LI Xiaohui[1]

1. Guangdong Institute of Materials and Processing, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, China

2. Midea Refrigeration Division, Hefei 230000, China

3. School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China

*Supported by the Guangdong Key Laboratory of Metal Toughening Technology and Application No. 2014B030301012, Guangzhou Key Laboratory of Advanced Metal Structural Materials No. 201509010003, Project on the Research and Industry of Guangdong Province No. 2013B090600062, Guangdong Joint Innovation Public Platform of Professional Town on Metal Materials and Processing No. 2013B091602002, Guangdong Demonstration Building of Technology Innovation Strategic Alliance on Aluminum and Magnesium Light Metal Materials Industry No. 2014B090907008.

Manuscript received December 15, 2015; in revised form March 14, 2016.

**To whom correspondence should be addressed, Tel: (020)61086180, E-mail: qiwenjun987@sohu.com

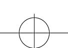
ABSTRACT Microstructure of hot rolled and annealed Mg-3Zn-2Gd alloy was characterized by optical microscopy and scanning electron microscopy. Meanwhile, their tensile mechanical properties at ambient temperature were tested. The results show that the microstructure of the alloy sheet is refined after rolling by the strain range from 23% to 67% and the average grain size decreases from 10 μm to 4 μm by the rolling strain of 67%. Lots of twins and shear bands in the initial microstructure decrease gradually. When the rolling strain increases to 67%, the shear bands disappear, and meanwhile the dynamic recrystalliza-

* 广东省金属强韧化技术与应用重点实验室项目2014B030301012、广州市先进金属结构材料重点实验室项目201509010003、广东省研发与产业化项目2013B090600062、广东省金属材料与加工专业镇联合创新公共平台2013B091602002和广东省铝镁轻金属材料产业技术创新战略联盟示范建设2014B090907008资助。

2015年12月15日收到初稿; 2016年3月14日收到修改稿。

本文联系人: 戚文军

DOI: 10.11901/1005.3093.2015.731



tion grains and few twins exist, while the tensile mechanical properties of the alloy are enhanced significantly. Tensile strength σ_b and yield strength $\sigma_{0.2}$ increase from 255 MPa and 215 MPa for the non-rolled alloy to 305 MPa and 300 MPa for the rolled alloy by strain 67% respectively, while the elongation δ first increases, and then decreases. After annealed at 573 K for 1 h, the rolled alloy experienced static recrystallization, in the meanwhile, the non-uniform deformation areas disappeared and finally showed a microstructure of fine and uniform equiaxed grains, and the relevant σ_b and $\sigma_{0.2}$ decreased to 265 MPa and 235 MPa, respectively, while δ slightly increases to 19.0%. The tensile fracture consists of a large number of dimples presenting the typical characteristic of ductile fracture.

KEY WORDS metallic materials, magnesium alloy sheet, rolling microstructure, annealing microstructure, mechanical properties, rolling strain

镁合金具有低密度、高比强度和高比刚度以及良好的阻尼性能、切削加工性、导热性等优点, 在汽车、通讯电子和航空航天等领域正得到日益广泛的应用, 但其仍较差的力学性能和耐腐蚀性能限制了其更广泛的应用[1-3]。稀土元素溶质原子的加入可减小镁合金的轴比 c/a 和非基面滑移的临界剪切应力, 同时可细化晶粒, 从而提高镁合金轧板的强度、塑形变形能力和降低织构[4, 5]。研究表明[6-8], Gd是一种有效改善变形镁合金组织和提高力学性能、且价格较便宜的稀土元素之一。Mg-2.0Zn-0.8Gd合金轧制变形后室温下的高延展性、高应变强化能力和低各向异性(基面织构强度最高值为2.95)甚至可比肩常用铝合金[6]。Mg-1.11Zn-1.68Gd和Mg-1.06Zn-2.74Gd合金经过合适的热轧退火工艺(热轧前在723 K保温15 min, 热轧后在623 K退火1 h)后在室温下均表现出优异的成形能力: 极限伸长率可达到36%, 平均伸长率亦超过15%[7]。二次成形前的晶粒尺寸在10~30 mm之间和较低的(0002)基面织构可以使Mg-1.06Zn-2.74Gd合金在室温下具有良好的成形能力: 伸长率超过38%[8]。Mg-2Zn-1Gd合金经633 K单道次66%大压下轧制和后续623 K退火1.5 h处理后呈现更优异的机械性能和更弱的各向异性, 其最终伸长率可达28.9%, 初始为退火态的合金板材最终制得的薄板在室温下的成形性更好[9]。随着Gd含量的增加, 高应变率轧制Mg-Zn-Zr合金的晶粒明显细化, 相组成发生改变, 准晶I相的含量增加, Mg_7Zn_3含量降低, Gd的添加能降低 α-Mg基体的堆垛层错能, 促进轧制过程中的动态再结晶[10]。但到目前为此, Mg-Zn-Gd系合金轧制和退火处理过程中组织与性能的演变规律还未完全清楚。为此, 本文将选择Mg-3Zn-2Gd合金挤压板材作为轧制坯料, 依次进行轧制变形和退火处理, 研究其组织与性能的演变规律, 从而为高性能变形镁合金的开发及应用提供技术支撑。

1 实验方法

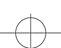
合金锭由工业纯Mg、纯Zn和Mg-30%Gd(质量分数)中间合金在MRL-8型镁合金电阻炉中熔炼而成。待纯Mg熔化后依次将纯Zn和中间合金加入熔体中, 精炼搅拌后升温至1023 K高温静置20 min, 最后待熔体温度冷却至993 K后浇入圆柱型金属模具中得到铸坯。用JY Ultima2型等离子体原子发射光谱仪(ICP)测试该铸坯的具体成分为Mg-2.94Zn-2.06Gd(以下简称Mg-3Zn-2Gd)。整个熔炼过程中, 用 CO_2+0.2%SF_6(体积分数)的混合气体保护熔体。铸坯置于热处理炉中经693 K均匀化处理12 h, 机加工后在638T挤压机上进行挤压实验, 参数为: 挤压板材截面为6 mm×75 mm, 挤压温度(T)为673 K, 挤压速度(V)为1.0 m/min。挤压板材经673 K保温1 h的退火热处理后, 在ZK-RZJ30450W型电脉冲异步轧制机上进行轧制实验, 轧机参数为: 轧辊外径为350 mm, 轧制线速度为30 r/min, 主电动机功率为30 kW。在轧辊上增加轧辊控温装置, 将轧辊温度始终控制在373~423 K范围内。轧制温度为673 K, 每道次间进行673 K退火处理10 min。实验获得三种不同的轧制应变, 分别为23%、33%和67%。最后, 轧制板材经573 K退火处理1 h。

经打磨和抛光后的各试样用苦味酸腐蚀剂(1.5 g苦味酸+25 mL乙醇+5 mL乙酸+10 mL蒸馏水)腐蚀在Leica DM IRM型光学显微镜(OM)上观察组织。在配有能谱仪(EDS)的JXA-8100型电子探针显微分析仪(EPMA)上观察组织和拉伸断口形貌。板状拉伸试样在DNS200型万能材料实验机上进行室温拉伸实验, 拉伸速度为2 mm/min。

2 结果与分析

2.1 轧制态组织与力学性能

图1为Mg-3Zn-2Gd合金挤压板材经轧制前后在轧制面的OM照片。可见, 挤压态组织为细小等轴晶晶粒, 平均晶粒尺寸约10 μm, 少量第二相颗粒沿挤压方向呈流线分布。当轧制应变为23%时, 组织中等轴晶晶粒明显减少, 塑性变形主要以滑移与孪生为主, 轧制产生的孪晶增多, 第二相分布发生改



变, 由于轧制过程中的剪切力作用形成剪切带。剪切带中存在大量再结晶晶粒, 使得晶粒进一步细化, 这是由于异步轧制引起的剪切变形使轧制组织出现变形不均匀现象。孪生和剪切带的出现为再结晶提供形核点。当轧制应变增至33%时, 孪晶减少, 大晶粒不断破碎, 动态再结晶不断进行, 晶粒得到进一步细化。当轧制应变继续增至67%时, 再结晶分数明显增多, 孪晶跟剪切带基本消失, 组织由细小再结晶晶粒及少量孪晶组成, 平均晶粒尺寸约4 μm。随着轧制应变的增大, 第二相在剪切力作用下分布更分散、均匀, 从挤压态的流线分布转化为均匀分布。图2为Mg-3Zn-2Gd合金挤压板材经应变67%轧制后的EDS分析结果。可见, 细小的第二相由MgZnGd三元相组成, 第二相颗粒的平均尺寸为2~3 μm。

Mg-3Zn-2Gd合金挤压板材分别经轧制后的拉伸力学性能结果列于表1中。可见, 挤压板材的抗拉强度σ_b、屈服强度$\sigma_{0.2}$和伸长率δ分别为255 MPa、215 MPa和11.0%。经轧制后, 随着轧制应变的增大, 合金的综合力学性能逐渐提高, σ_b和$\sigma_{0.2}$分别提高至轧制应变为67%时的305 MPa和300 MPa, 提高幅度分别为20%和39%, 而δ先提高至轧制应变为23%时的16.0%, 后降至轧制应变为67%时的7.5%。轧制过程力学性能的变化是由于轧制过程

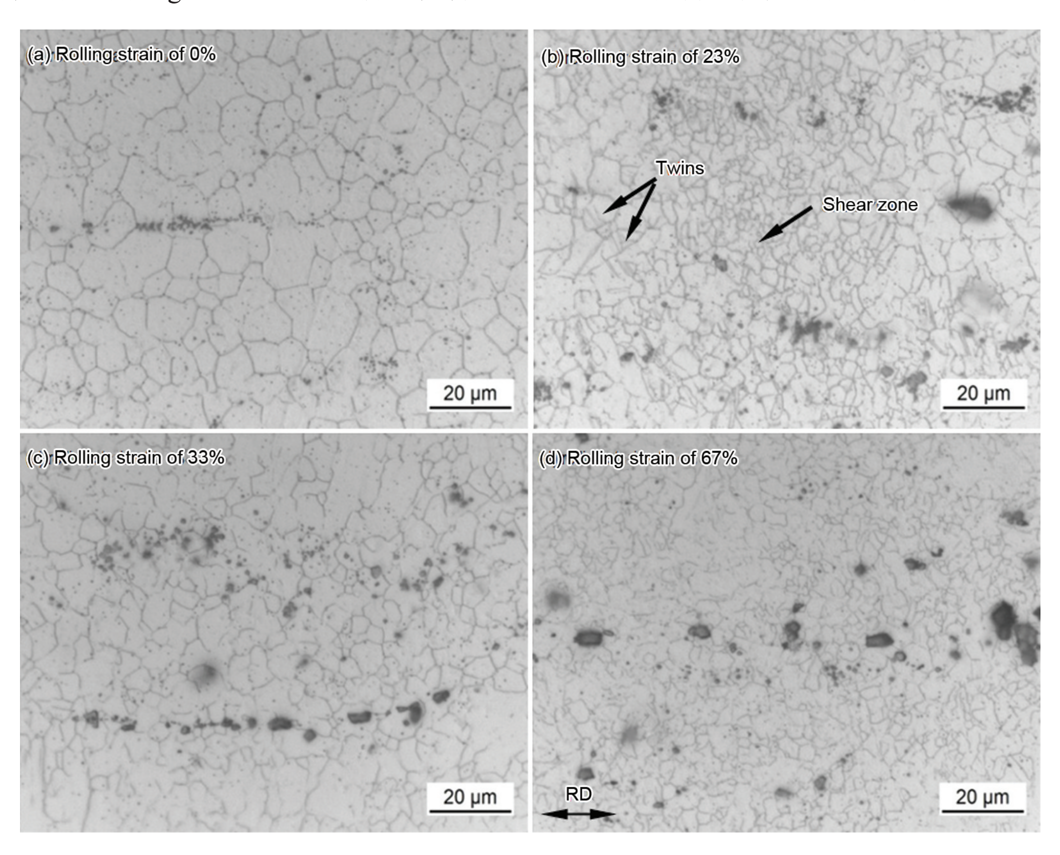


图1 Mg-3Zn-2Gd合金挤压板材经轧制前后的OM照片

Fig.1 OM graphs of Mg-3Zn-2Gd alloy extrusion sheet before (a) and after rolling (b, c, d)

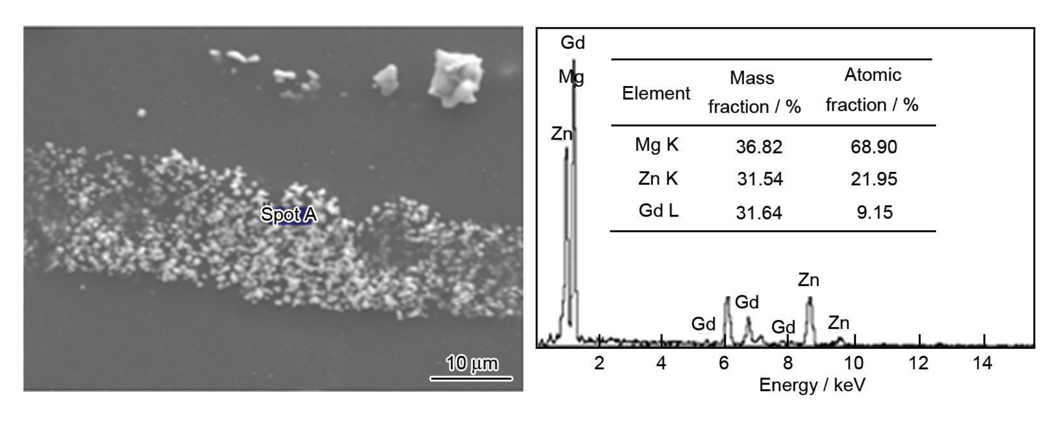
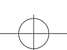


图2 Mg-3Zn-2Gd合金挤压板材经应变67%轧制后的EDS分析结果

Fig.2 EDS analysis of Mg-3Zn-2Gd alloy extrusion sheet rolled by the strain of 67%



中变形量的增大, 引起晶粒破碎和细化, 晶界和位错增加, 加工硬化现象越来越明显, 合金的屈服强度提高, 塑性降低。轧制态合金的拉伸断口呈现韧性断裂与脆性断裂的复合断裂特征, 主要由解理面和韧窝组成(见图3a和b)。

2.2 退火态组织与力学性能

图4为Mg-3Zn-2Gd合金轧制板材经573 K退火1 h后在轧制面的OM和SEM像。

可见, 与轧制态组织相比, 退火态组织中孪晶和剪切带消失, 由大小不等的再结晶晶粒组成, 部分晶粒已开始长大。细小的第二相颗粒部分弥散分布于晶内, 部分沿轧制方向呈流线分布。随着轧制应变提高至67%时, 组织中再结晶过程进行更完全, 因此组织更均匀, 晶粒更细小。经退火处理后, 轧制过程中的加工硬化使合金内部孪晶和晶界处积塞的位错有足够的能量形成静态再结晶核心, 随着时间延长, 组织中的变形区域(孪生和剪切带)消失, 再结晶晶粒长大, 由于退火温度低, 晶粒长大不明显, 组织由均匀的等轴晶组成。

Mg-3Zn-2Gd轧制态合金经退火处理后的拉伸力学性能亦列于表1中。可见, 与轧制态拉伸力学性能相比, 随着轧制应变量的增加, 抗拉强度和屈服强度都不同程度的降低。如轧制应变为67%时, σ_b和$\sigma_{0.2}$分别从轧制态的305 MPa和300 MPa降至265 MPa

表1 Mg-3Zn-2Gd合金挤压板材分别经轧制和退火后的力学性能

Table 1 Tensile mechanical properties of Mg-3Zn-2Gd alloy extrusion sheets after rolling and annealing, respectively

Strain/%	Condition	σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	δ /%
0	extrusion sheet	255	215	11.0
23.3	rolling	270	230	16.0
	annealing	270	230	18.5
33	rolling	300	295	13.0
	annealing	260	220	17.5
67	rolling	305	300	7.5
	annealing	265	235	19.0

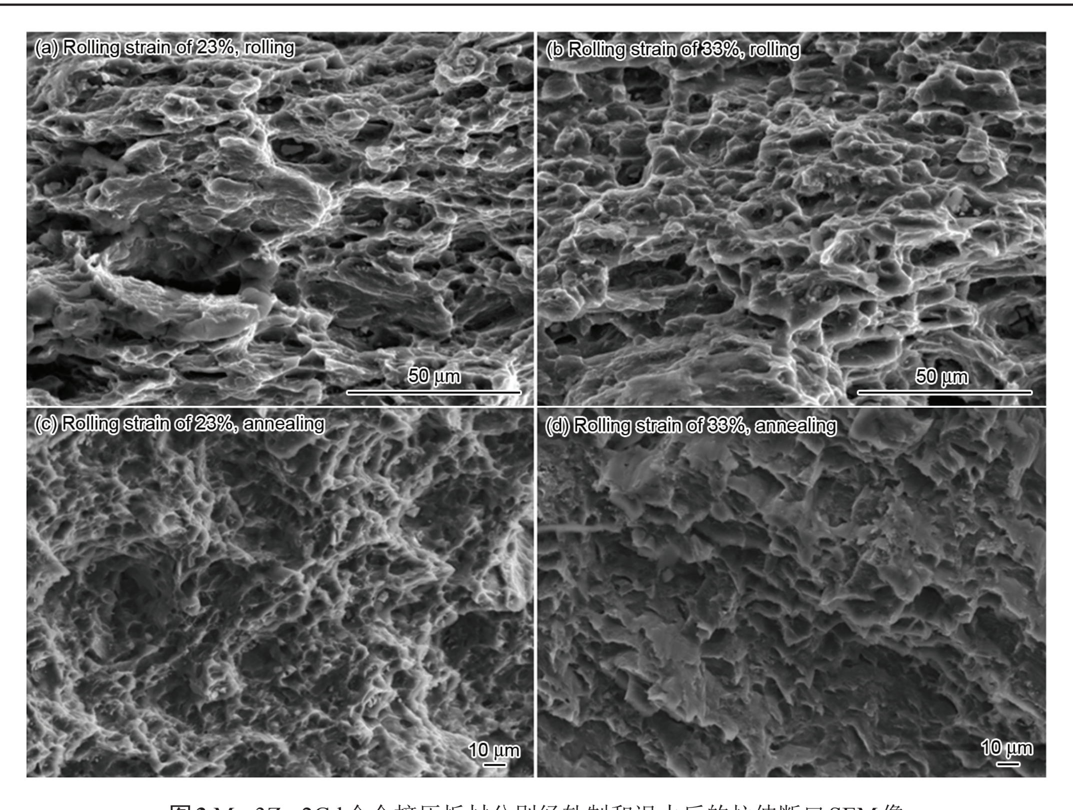


图3 Mg-3Zn-2Gd合金挤压板材分别经轧制和退火后的拉伸断口SEM像

Fig.3 SEM images of tensile fractures of Mg-3Zn-2Gd alloy extrusion sheets after rolling and annealing, respectively

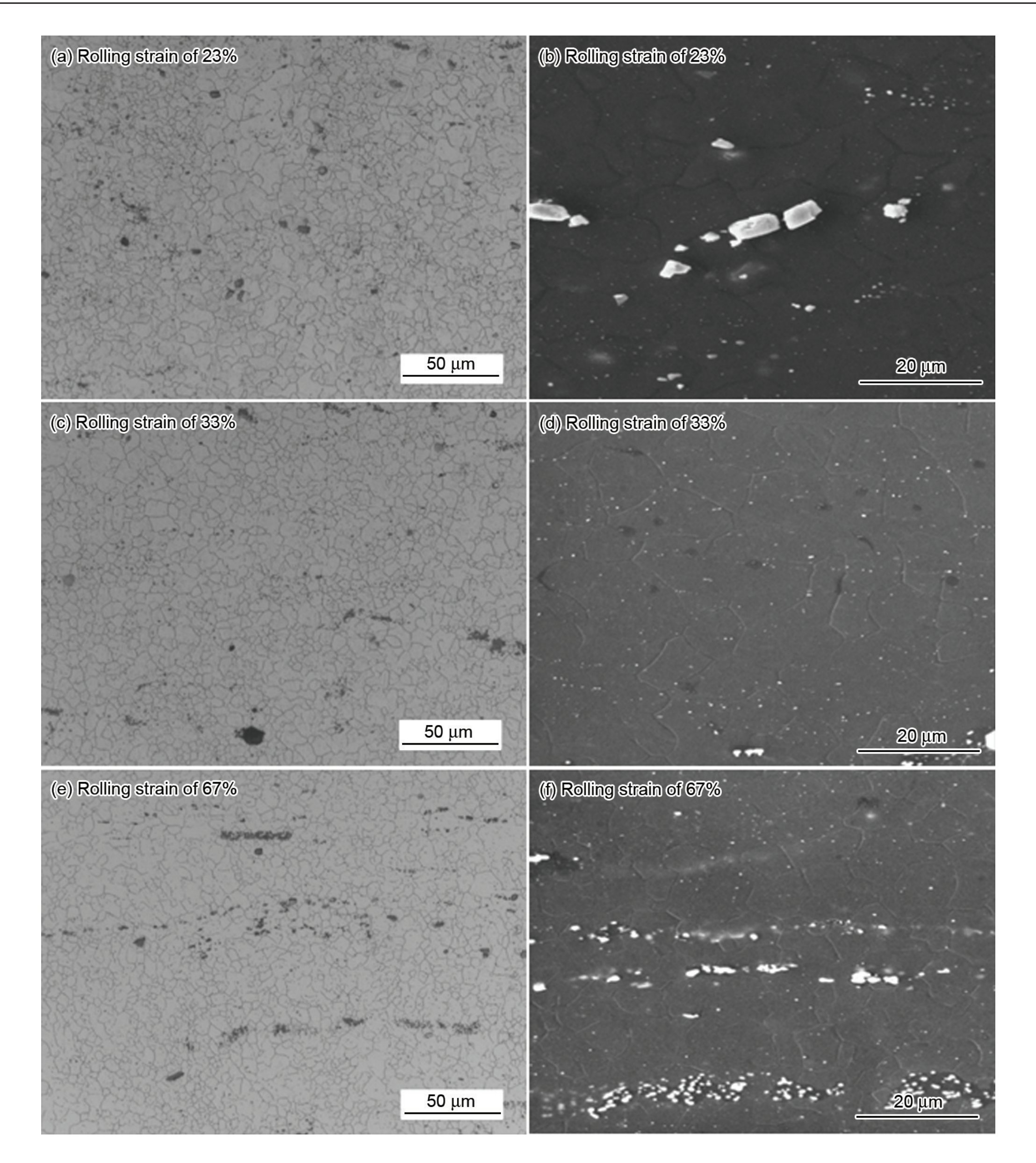


图4 Mg-3Zn-2Gd合金轧制板材经退火后的OM和SEM像

Fig.4 OM and SEM images of Mg-3Zn-2Gd alloy rolled sheets after annealing

和235 MPa, 但δ提高至19.0%。由此结果可以看出, 退火状态下加快了变形组织的静态再结晶与回复, 晶粒的回复与长大和变形应力的消除使变形组织更加均匀化, 退火态板材强度降低, 伸长率提高。退火态合金的拉伸断口已转变为完全的韧性断裂, 由大量韧窝组成(见图3c和d)。断口形貌特征的改变说明退火处理将有效改善轧制镁合金的塑性, 可获得强度和塑性适配的镁合金组织。

2.3 分析与讨论

镁合金的热变形机制与铝合金存在诸多相似地方, 热变形过程伴随组织纤维化, 包括内部晶粒、杂质、第二相沿变形方向被拉长、拉细和回复与再结晶。滑移、孪生和晶界迁移为镁合金主要的塑性变形机制[11, 12]。滑移的实质是位错在切应力作用下沿着滑移面逐步移动, 由于在较高温度(>573 K)下, 柱面滑移的临界分切应力(CRSS)值接近基面滑移{0001}, 柱面滑移系的启动, 增强镁合金塑性变形能力, 位错的滑移和攀移比较容易进行。同时也会伴随着孪晶变形。孪生变形通常发生于难以滑移的晶面处, 使晶体取向发生改变, 使处于不利晶向的滑移系转变为有利晶向, 滑移和孪生的交替作用使镁合金的塑性变形能力得到增强。

本文中Mg-3Zn-2Gd合金在热塑性变形过程中动态再结晶优先发生于变形不均匀的区域(如预先存在的晶界、孪晶和剪切带)。动态再结晶形核机理包括晶界凸出、孪生形核、连续动态再结晶、旋转动态再结晶和非连续动态再结晶[13]。在高温下轧制变形发生的主要是晶界凸出主导的非连续动态

再结晶[14]。由于Mg-3Zn-2Gd合金在挤压变形后具有较高的动态再结晶分数, 晶界较多, 堆垛层错能较大, 在轧制变形时高密度的位错在晶界处集中, 高密度位错区应力不平衡使晶界发生局部迁移。突出的晶界在基面与非基面的位错交割下, 被分割出去形成亚晶, 亚晶随着应变的增大, 其晶粒取向也会随之增大。由于合金中添加Gd, 造成较多的MgZnGd高温相析出并钉扎于晶界与晶内, 第二相的存在促使在大变形量条件下形成的亚晶粒和亚晶界的取向较大, 晶格畸变增大, 使合金的强化效果明显。随着塑性变形程度的增加, 动态再结晶进行越充分, 组织得到细化效果越显著。其次, 剪切带的形成可旋转动态再结晶晶粒取向, 提高合金塑性变形能力[15]。Mg-3Zn-2Gd挤压板材具有较强的基面纤维织构和较多再结晶组织, 材料各向异性显著, 这对轧制变形时发生动态再结晶更为有利, 较大的应变量可以形成更多的亚晶粒环绕在原始晶界周围, 与原始晶粒取向不同。而且Gd元素的添加更易形成一些大角度取向的晶粒, 促进亚晶粒的形成, 使原有组织中被拉长的纤维织构大幅减少或消失, 在很大程度上改善Mg-3Zn-2Gd合金的各向异性。

合金在573 K温度下退火处理, 变形组织中发生回复和再结晶过程, 高密度位错向有序的规则排列方向转化, 破碎的晶粒变成完整的晶粒, 拉长的晶粒变成等轴晶粒, 组织趋于均匀化。之前大变形轧制下形成的高密度位错区和晶粒畸变区成为再结晶晶粒的形核区, 亚晶粒在应变能的驱动下也会长大, 多边形化后趋于合并。形成较小的等轴晶粒(如图4c和e所示), 其宏观表现为合金抗拉强度下降, 塑性明显提高。

总之, 大应变加工和Mg-Zn合金中加入Gd会使MgZnGd合金在变形加工中更易形成位错塞积和晶格畸变, 促使亚晶粒形成, 组织得到细化, 提高合金的力学性能。

3 结 论

1. Mg-3Zn-2Gd合金挤压板材经轧制后组织得到细化, 平均晶粒尺寸由未轧制时的10 μm减至轧制应变为67%时的4 μm。当轧制应变为23%时, 组织由大量孪晶和剪切带组成; 随着轧制应变增至67%, 剪切带消失, 组织由动态再结晶晶粒和少量孪晶组成。合金的力学性能显著提高, σ_b和$\sigma_{0.2}$分别由未轧制时的255 MPa和215 MPa提高至轧制应变为67%时的305 MPa和300 MPa, 提高幅度分别为20%和39%, δ先提高后降低。

2. 轧制板材再经退火处理后, 合金组织发生静态再结晶, 变形不均匀区域消失, 由细小均匀等轴晶组成; σ_b和$\sigma_{0.2}$分别降至265 MPa和235 MPa, δ提高至19.0%。

3. 轧制态拉伸断口呈现韧性断裂与脆性断裂的复合断裂特征, 主要由解理面和韧窝组成, 退火处理后转变为完全的韧性断裂, 由大量韧窝组成。

参 考 文 献

1 Y. Sun, M. X. Kong, X. H. Jiao, In-vitro evaluation of Mg-4.0Zn-0.2Ca alloy for biomedical application, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, **21**(S2), 252(2011)

2 E. L. Zhang, L. Yang, Microstructure, mechanical properties and bio-corrosion properties of Mg-Zn-Mn-Ca alloy for biomedical application, Materials Science and Engineering A, **497**(1- 2), 111 (2008)

3 Q. M. Peng, N. Ma, D. Q. Fang, H. Li, R. P. Liu, Y. J. Tian, Microstructures, aging behaviour and mechanical properties in hydrogen and chloride media of backward extruded Mg-Y based biomaterials, Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, **17**, 176(2013)

4 T. Obara, H. Yoshinga, S. Morozumi, {112-2}<1123> slip system in magnesium, Acta Metall, **21**(7), 845(1973)

5 J. F. Stohr, J. P. Poirier, Electron-microscope study of pyramidal slip {112-2}<1123> in Mg, Philosophical Magazine , **25**(6), 1313 (1972)

6 H. Yan, R. S. Chen, E. H. Han, Room-temperature ductility and anisotropy of two rolled Mg-Zn-Gd alloys, Materials Science and Engineering A, **527**(15), 3317(2010)

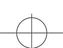
7 D. Wu, R. S. Chen, E. H. Han, Excellent room-temperature ductility and formability of rolled Mg-Zn-Gd alloy sheets, Journal of Alloys and Compounds, **509**(6), 2856(2011)

8 D. Wu, R. S. Chen, W. N. Tang, E. H. Han, Influence of texture and grain size on the room-temperature ductility and tensile behavior in a Mg-Zn-Gd alloy processed by rolling and forging, Materials and Design, **41**, 306(2012)

9 DING Yunpeng, LE Qichi, ZHANG Zhiqiang, CUI Jianzhong, Microstructure and mechanical property evolution of Mg-Zn-Gd alloy with different initial states during processing, Journal of Northeastern University (Natural Science), **35**(9), 1262(2014)
(丁云鹏, 乐启炽, 张志强, 崔建忠, 不同初始态Mg-Zn-Gd加工过程中组织和性能的演变, 东北大学学报(自然科学版), **35**(9), 1262 (2014))

10 H. Y. Yu, H. G. Yan, J. H. Chen, B. Su, Y. Zheng, Y. J. Shen, Z. J. Ma, Effects of minor Gd addition on microstructures and mechanical properties of the high strain-rate rolled Mg-Zn-Zr alloys, Journal of Alloys and Compounds, **586**(15), 757(2014)

11 CUI Zhongqi, JIA Yaochun, *Physical Metallurgy and Heat Treatment* (Beijing, the Press of Machinery Industry, 2007)
(崔忠圻, 贾耀春, 金属学与热处理 (北京, 机械工业出版社, 2007))



12 ZHENG Ziqiao, *Fundamentals of Materials Science* (Changsha, the Press of Central South University, 2005)
(郑子樵, 材料科学基础 (长沙, 中南大学出版社, 2005))

13 LIU Qing, Research progress on plastic deformation mechanism of Mg alloys, Acta Metallurgica Sinica, **46**(11), 1458(2010)
(刘 庆, 镁合金塑性变形机理研究进展, 金属学报, **46**(11), 1458 (2010))

14 O. Sitdikov, R. Kaibyshev, Dynamic recrystallization in pure magnesium, Materials Transactions, **42**(9), 1928(2001)

15 S. E. Ion, F. J. Humphreys, S. H. White, Dynamic recrystallisation and the development of microstructure during the high temperature deformation of magnesium, Acta Metallurgica, **30**(10), 1909(1982)

